

OPEN END SEALING METHOD FOR CERAMIC HONEYCOMB STRUCTURE

Publication number: JP59054683 (A)

Publication date: 1984-03-29

Inventor(s): OGAWA YUTAKA; YAMADA SHIYUNICHI; HAMANAKA TOSHIYUKI

Applicant(s): NGK INSULATORS LTD

Classification:

- International: B01D39/20; B01D46/00; B01D46/24; B01J35/04; B32B18/00; C04B38/00; D01F9/28; F01N3/022; B01D39/20; B01D46/00; B01D46/24; B01J35/00; B32B18/00; C04B38/00; D01F9/14; F01N3/022; (IPC1-7): B01J35/04; B32B3/12; C04B39/00

- European: B01D46/24F6P; B01D46/00B; B01J35/04; C04B38/00B; D01F9/28; F01N3/022B

Application number: JP19820163514 19820920

Priority number(s): JP19820163514 19820920

Also published as:

JP63058620 (B)

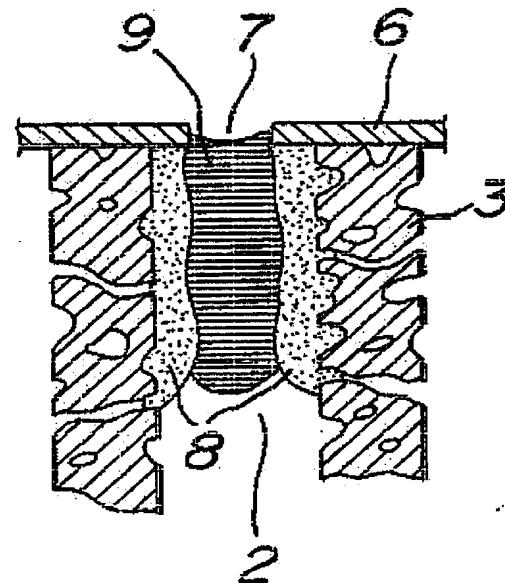
JP1511892 (C)

US4559193 (A)

Abstract not available for JP 59054683 (A)

Abstract of corresponding document: **US 4559193 (A)**

The disclosed method seals preselected open ends of channels of a ceramic honeycomb structural body by attaching a film to that end surface of the honeycomb structural body which is to be selectively sealed while boring holes on the film at positions corresponding to desired open ends of the channels to be sealed, dipping the end surface in a sealing material containing slurry, pressing sealing material mixture body in the desired channels open ends, and then firing the ceramic honeycomb structural body with the sealing materials applied thereto.



Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

⑯ 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

⑰ 公開特許公報 (A)

昭59-54683

⑯ Int. Cl.³

C 04 B 39/00
B 01 J 35/04
B 32 B 3/12

識別記号

序内整理番号
7106-4G
7624-4G
6122-4F

⑯ 公開 昭和59年(1984)3月29日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 7 頁)

④セラミックハニカム構造体の開口端面封止方法

⑦発明者 山田俊一

名古屋市千種区御影町2丁目35番地の2

②特願 昭57-163514

⑦発明者 浜中俊行

②出願 昭57(1982)9月20日

鈴鹿市南若松町429番地50号

②発明者 小川裕

②出願人 日本磚子株式会社

名古屋市西区比良3丁目269番地

名古屋市瑞穂区須田町2番56号

④代理人 弁理士 杉村暁秀 外1名

明細書

1. 発明の名称 セラミックハニカム構造体の開口端面封止方法

あり、特に自動車排気ガス中の浮遊微粒子などを取り除くハニカム構造を基体とするセラミックハニカム・フィルタおよび触媒担体用のセラミックハニカム構造体の開口端面貫通孔の封止方法に関するものである。

2. 特許請求の範囲

最近自動車排気ガス浄化用担体や熱交換器等に広く利用されているセラミックハニカム構造体は一定形状の貫通孔が均一に多数分布し、かつ貫通孔は平行で直線的になっているので、ガス流の阻力損失が非常に小さく、単位体積当たりの表面積は大きく、しかも貫通孔は細い隙で構成されているため、小さな熱量でヒートアップが容易に行える等の利点において注目されている。このセラミックハニカム構造体の単位体積当たりの表面積が大きい点と多数の貫通孔を形成している隙間が細い点に着目して第1図および第2図に示されるように多孔質セラミック材料より成る多数の貫通孔2を有するハニカム構造体の所定の貫通孔の一端部を封じ材4で封止するとともに、残りの貫通孔の他端部を封じ材4で封止することにより開口部をか

1. セラミックハニカム構造体の開口端面の所定の位置の貫通孔をセラミック材料で封止した後、そのセラミック材料を焼成するセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法において、封止する端面にフィルムを貼りそのフィルムの所定の部分に穴をあけ、又はあらかじめ穴をあけたフィルムをその穴をセラミック構造体の所定の貫通穴に合せて貼り、封じ材成分を含むスラリーにダイピングした後に外套状封じ材を注入して封止することを特徴とするセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法。

2. 発明の詳細な説明

本発明は自動車排気ガス、工場排出ガスなどの有機ガス浄化等に用いられているセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法に関するもので

過剰とする単位体積当りのフィルタ面積が大きく、圧力損失が少ないセラミックハニカムフィルタが得られることが知られている。すなわち貫通孔を形成している孔は多孔隙部がフィルタの役目をしてガス中の微細粒子を捕獲するものであり、ハニカム構造体貫通孔封じ材とは隙間に接合し、合眼ガスがリードしないよう完全に封止せられる必要があり、セラミックハニカムフィルタ製造において、セラミックハニカム構造体開口端面貫通孔の封止は最も重要なポイントとなっている。

また樹脂供体用のセラミックハニカム構造体において、その物理的強度を向上させるために第3回および第4回に示すようにハニカム構造体開口端面の外周端面側の貫通孔を封止することが知られているが、この場合においても封じ材はハニカム構造体の端面と密着に接合している必要がある。

このようなセラミックハニカムフィルタの製法としては、特開昭57-7216号公報に開示されているように、セラミックハニカム構造体の開口端

トロピー特性が強くなり、バインダー等の糊液は非常に困難である。次にディツビングにより封じ材を導入する従来の方法においては、封止された端面が半径にならない欠点の他、ハニカム構造体貫通孔のセル密度が小さく、貫通孔開口端面積が大きい時には多段回のディツビング操作を必要とする等の不都合がある。

さらにエポキシ樹脂をあらかじめ封止しない貫通孔に導入硬化する方法もその工程に時間を要するばかりでなく、樹脂の熱膨脹はセラミック材より大きいのでハニカム構造体を破損することがあり、樹脂の選択に留意しなければならない。

本発明はこれらの欠点をなくするためになされたもので、セラミックハニカム構造体の開口端面の周辺の位置の貫通孔をセラミック材料で封止した後、そのセラミック材料を形成するセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法において、封止する端面にフィルムを貼りそのフィルムの所定の部分に穴を開け、又は穴のあいたフィルムをその穴をセラミック構造体の所定の貫通穴に合せて

面にフィルムを貼り付け、封じたい貫通孔に穴を開けダイラタンシー特性を有する封じ材を導入して封じる方法、また同様に封じたい貫通孔に穴を開け粘弹性封じ材をディツビングにより導入する方法またエポキシ樹脂を前者方法と同様にディツビングにより導入し硬化させた後、フィルムをはがし封じ材を高圧で導入する方法等が知られている。しかしながら圧入により封じ材を導入する場合には、封じたい貫通孔上のフィルムに穴を開ける時、貫通孔開口端面に等しい確実な穴あけを必要とし、破られた穴が小さい場合、封じ材と開口の間にすき間を生じ特にフィルタとしての特性に甚大な欠陥を発生する不都合がある。また貫通孔開口端面に等しい穴を多孔質で強度の低い貫通孔糊液を破損することなく針治具等で迅速にあけることも困難であり、第5回に示すような外周端面形セル等を完全に封止することも困難であつた。さらにこの場合、封じ材はダイラタンシー特性を有することが必要であり、封じ材に耐土壌物等可塑性を有する主原料を用いる場合、堆土のチクソ

貼り、封止する端面を封じ材成分を含むスラリーにディツビングした後に堆土状封じ材を導入して封止するセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法である。

次に本発明の構成を詳細に説明する。開口端面の貫通孔が封止されるハニカム構造体は特開昭57-7216号公報に開示されているように一方の開口端面にポリエスチルやビニール等の有機高分子フィルムまたは樹脂を含浸させた紙が全面に貼り付けられる。本発明ではディツビングの工程を経るため、その工程中で破れることのないフィルム強度とともに耐水性にすぐれたフィルムが好ましい。

次に封じたい貫通孔の開口部分にあるフィルムの穴あけが行われるが、穴あけは針治具、レーザー光線を用いる方法等さまざまの方法が適用される。特にセラミックハニカムフィルタの場合は、封じたい貫通孔開口端面の開口面積の40~60%程度の穴を開ければよく、治具が貫通孔糊液等に接触して糊液を破損することなく迅速に穴

をあける方法が好ましい。第5図に示すような外周部鉛形セル5に対しても第6図に示されるようにハニカム構造体外周部鉛形セル上部のフィルムの中心部に一部分穴があけたいはよい。外周部鉛形セルに対してはあらかじめフィルムを貼らずに封じ材を含むスラリーへのディツビング工程に移行してもさしつかえない。また触媒担体用ハニカム構造体を含め、ハニカム構造体の外周部等を補強する場合には、封じ部以外の貫通孔端面だけにフィルムを貼り付けて封じ材の導入を行つてよい。

貫通孔封じ材は、封じ材成分を含有する封じ材スラリーとこの封じ材スラリーにディツビングした後に導入される抔土状封じ材の2種類が用いられる。抔土状封じ材は必ずしもダイラタンシー特性を有していないともよく、生粘土、カオリン等の可塑性を有する成分を含んでいてよい。封じ材スラリーはこの抔土状封じ材の成分を含むもの又は既成封じ材スラリーと抔土状封じ材が同じ材質となることが好ましいか、封じ材スラリーと外

この接觸の深さにより封じ材導入の深さが決定されるので封じ材の厚さを一定にするためには、この接觸深さを一定にする必要がある。また外周部鉛形セル5は貫通孔の端面面積が小さいことから、この封じ材スラリーの導入だけでも完全に封止される場合もある。封じ材スラリーが導入されたセラミックハニカム構造体は乾燥され、続いて抔土状封じ材が導入されるが、封じ材スラリー導入後のハニカム構造体は必ずしも完全に乾燥する必要はなく、スラリーの粘度が低く封じ材のハニカム構造体貫通孔端面への付着量の少ない場合にはディツビングの上端をくり返し行つてもよい。抔土状封じ材の導入はシリンダー内に嵌ハニカム構造体を入れピストンによつて抔土状封じ材を導入する方法、抔土状封じ材の上に嵌ハニカム構造体を堆積、上方から加圧する等の方法を用いることができる。

この抔土状封じ材の導入によりセラミックハニカム構造体貫通孔端面の封止する貫通孔は完全に封止される。上記の説明の封じ材スラリーと抔土状

抔土状封じ材の境界面のセッティングが確切であつて緊密な接觸ができれば封じ材スラリーと抔土状封じ材の材質は異つていてもかまわない。封じ材がコージエライト質の場合を例にあけると、封じ材スラリーはカオリン、タルク、アルミナより成るコーゼエライト組成生原料バッチ4:0:0~16:0:0比例にて水4:0~8:0加熱部、カルボキシメチルゼラローズ1加熱部を含むスラリーより成り、抔土状封じ材はロージエライト粉末1:0:0加熱部に対してメチルゼラローズ1加熱部、グリセリン1:0:0加熱部、水2:0~8:0加熱部を加えて混練されペースト状抔土にしたもの等を用いることができる。抔土状封じ材が生粘土、カオリン等を多く含む生原料バッチである時、抔土はチクソトロビー特性が強くなるが、封じ材スラリーによりディツビング時に付着する封じ材の量を御御することにより緊密な封止をするように行う必要がある。

封じ材の導入はまず封じ材スラリーに封じたい貫通孔端面のフィルムが穴あけされたハニカム構造体が複数され、封じ材スラリーが導入される。

封じ材とにより貫通孔の端面を封じる様子を第7図および第8図により説明するとハニカム構造体の端面の所定の貫通孔、すなわち封止される貫通孔2には端面に貼られたフィルム6に封じ材導入用の穴7がありられ、まず封じ材スラリーへのディツビングにより封じ材8が貫通孔端面3に付着し、続いて抔土状封じ材9の導入により貫通孔2は完全に封止される。

端面の封じ材導入がなされたセラミックハニカム構造体は封じ材の材質に応じた温度で能成される。封じ材に生原料を含むものは封止されるセラミックハニカム構造体と同程度の温度で能成されることが望ましい。特に自動車排ガス中の微粒子を除去する目的に使用する場合、1800°C以上の耐熱性を有することが不可欠であり、したがつて封止に用いる封じ材も少なくとも同程度の能成温度が必要である。

以下に本発明の実施例について説明する。

実施例 1

直径11.8mm、長さ16.2mm、貫通孔の断面の

厚さ 0.30 mm、一平方センチメートル当りの貫通孔数約 31 個の形状を有するコーナー エ ラ イ ト フ エ リ フ エ ハ ニ カ ム 構 造 体 の 断 面 面 に 粘 着 性 樹 脂 を 含 使 せ た 溶 水 性 の 胶 よ り 成 る フ イ ル ム を 粘 着 せ て 粘 着 付 け た。次に市松 横 横 に な る よ う に 封 じ た い 贯 通 孔 を 直 径 0.8 mm の 针 治 具 に よ り 封 じ 治 た ま し て 断 面 面 と も 穴 を あ け る が、穴 の 大 き さ は 断 6 図 に 示 す よ う に 贯 通 孔 の 開 口 面 積 の 約 50 % 程 度 で あ る。この時ハニカム構造体外周部異形セルは第 6 図の よ う に 一 部 穴 の あ い た 状 態 で あ る。

第 1 表 に 示 す 本 発 明 の 版 1 ～ 4、 諸 考 例 の 版 1、 2 の 封 じ 材 ス ラ リ ー お よ び 外 土 状 封 じ 材 を 構 造 し、 穴 あ け し た ハニカム構造体を せ れ せ れ 片 面 す つ 封 じ 材 ス ラ リ ー に 封 じ 積 さ 1.2 mm と な る よ う に テ イ ヴ ピ ン グ し た 後 150°C で 烘 焙 し、 次 い て 直 径 1.25 mm の シ リ ン グ イ 内 に 人 れ、 そ の 上 に そ れ ぞ れ の 外 土 状 封 じ 材 を 脱 い て 上 か ら 3.0 kg/cm² の 作 重 を か け 片 面 す つ 開 口 端 面 贯 通 孔 の 封 じ を 行 つ た。 開 口 端 面 の 所 定 の 贯 通 孔 が 封 じ ら れ た そ れ ぞ れ の ハニカム構造体は 放 烈 温 度 1420°C で 2 時 間 保 持

特 開 明 59-54683 (4)
し て 烘 焙 さ れ コーナー エ ラ イ ト フ エ リ フ エ ハ ニ カ ム フ イ ル タ を 得 た。得 ら れ た コーナー エ ラ イ ト フ エ リ フ エ ハ ニ カ ム フ イ ル タ の 贯 通 孔 封 じ 状 態 に つ い て 封 じ 材 の 開 口 端 面 か ら の 導 入 深 さ の 测 定 と ハニカム構造体 贯 通 孔 に 平 行 に 光 線 を 通 し た 時 の 光 モ レ の 有 無 に よ つ て 評 価 を 行 つ た。そ の 結 果 に つ い て も 第 1 図 に 示 す。

第 1 表

成 分 (重量)	封 じ 材 ス ラ リ ー	本 発 明				諸 考 例	
		1	2	3	4	1	2
封 じ 材 成 分 (重量)	封 じ 材 ス ラ リ ー	コーナー エ ラ イ ト : 61 粉 末 (-76μ) : 39 水 : 46 カルボキシ メチルセルローズ : 1	タルク (-140μ) : 30 カオリノ (-140μ) : 18 純カオリノ (-140μ) : 11 アルミナ (-140μ) : 17 水 : 68 カルボキシ メチルセルローズ : 1	タルク (-140μ) : 30 カオリノ (-140μ) : 18 純カオリノ (-140μ) : 11 アルミナ (-140μ) : 17 水 : 48 カルボキシ メチルセルローズ : 1	タルク (-140μ) : 30 カオリノ (-140μ) : 18 純カオリノ (-140μ) : 11 アルミナ (-140μ) : 17 水 : 48 カルボキシ メチルセルローズ : 1	コーナー エ ラ イ ト : 68 粉 末 (-76μ) : 32 水 : 46	—
	外 土 状 封 じ 材	コーナー エ ラ イ ト : 100 粉 末 (-105μ) : 10 グリセリン : 10 メチルセルローズ : 1 水 : 80	コーナー エ ラ イ ト : 100 粉 末 (-105μ) : 10 グリセリン : 10 メチルセルローズ : 1 水 : 80	コーナー エ ラ イ ト : 100 粉 末 (-105μ) : 10 グリセリン : 10 メチルセルローズ : 1 水 : 80	タルク (-140μ) : 60 カオリノ (-140μ) : 32 純カオリノ (-140μ) : 38 アルミナ (-140μ) : 16 グリセリン : 10 メチルセルローズ : 0.8 水 : 89	コーナー エ ラ イ ト : 100 粉 末 (-105μ) : 10 グリセリン : 10 メチルセルローズ : 1 水 : 80	—
貫 通 孔 封 じ 状 態	封 じ 積 さ (mm)	9～15	8～15	9～15	9～15	9～15	6～61
	端 面 よ り の 光 モ レ	無	無	無	無	無	有
	端 面 よ り 5 mm ず つ 削 つた 時 の 光 モ レ	無	無	無	無	有	有

* 光 モ レ : セ ラ ミ ツ ク ハニカム フ イ ル タ の 贯 通 孔 に 半 分 に 一 方 の 端 面 よ り 光 線 を あ て、 も う 一 方 の 端 面 で この 光 を 内 面 で 強 烈 す る。

実施例 2

直径 11.8 mm、長さ 15.2 mm、貫通孔の側壁の厚さ 0.43 mm、一平方センチメートル当たりの貫通孔数約 1.6 個のムライト質ハニカム構造体の両端面に、粘着性樹脂が敷布されたボリエチレンフィルムを貼り付け、次に両端面とも市松模様になるように封止したい貫通孔のピッチに合わせて作成した鋼車をフィルム上を転がしてフィルムに穴を開けた。この時穴の大きさはハニカム構造体貫通孔の端口面積の約 60 % 程度であり、外周部異形セルは一部分のみ穴のあいた状態である。

第 2 表に示す本発明の版 5 ~ 7、参考例の版 3 の封じ材スラリーおよび外土状封じ材を調製し、穴あけしたハニカム構造体を貫通孔封止深さ 2.0 mm となるようにそれぞれの封じ材スラリーにディップビングし、乾燥させた後、直徑 12.5 mm のシリカダーニに入れそれぞれの外土状封じ材を 3.0 kg/cm² の圧力にて圧入した。封じ材導入の終了したハニカム構造体は最高温度 1400°C で 2 時間保持して焼成された。得られたムライト質ハニカムフィルタの貫通孔封止状態の詳説結果も第 2 表に示す。

第 2 表

版	本発明			参考例	
	5	6	7		
封じ材成分 (重量%)	封じ材スラリー	ムライト粉末(-44μ) : 42 水 : 58 カルボキシメチルセルローズ : 1	ムライト粉末(-44μ) : 80 蛭目粘土 : 11 水 : 88 カルボキシメチルセルローズ : 1	蛭目粘土 : 61 水 : 88 カルボキシメチルセルローズ : 1	—
	外土状封じ材	ムライト粉末(-44μ) : 100 ポリビニルアルコール : 6 メチルセルローズ : 1 水 : 81	ムライト粉末(-44μ) : 100 グリセリン : 10 メチルセルローズ : 1 水 : 88	ムライト粉末(-44μ) : 90 グリセリン : 10 メチルセルローズ : 1 水 : 81.5	
貫通孔封止状態	封止深さ(mm)	18 ~ 22	17 ~ 23	14 ~ 28	5 ~ 40
	端面よりの光モレ*	無	無	無	有
	両端面より 5 mm ずつ削った時の光モレ*	無	無	無	有

以上の実施例により明らかのように本発明のセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法により、セラミックハニカム構造体の開口端面貫通孔のより緊密で完全な封止が可能となり、特にセラミックハニカムファイルタの製造において既存の製法に比べ格段と信頼性が高く、緊密に封止され、耐熱性に優れたセラミックハニカムファイルタを容易に製造する封止方法であつて、ディーゼルエンジンその他の内燃機関の高温排気ガス中の微粉炭塵の除去等に極めて有効であり、またその他ハニカム構造体の強化等広く応用が可能であり産業上極めて有用である。

4. 構造の簡単な説明

第1図はセラミックハニカムファイルタの一例を示す正面図、第2図は第1図の一部切欠き側面図、第3図は外周部が強化されたセラミックハニカム構造体の一例を示す正面図、第4図は第3図の側面の断面図、第5図はハニカム構造体外周付近鉛形セルの説明図、第6図はハニカム構造体開口端面封止におけるフィルム穴あけ状態の説明図、

第7図は封じ材スラリー導入後の封止する貫通孔端面の状態の説明図、第8図は封じ材スラリーおよび堆土状封じ材導入後の変化する貫通孔端面の状態の説明図である。

1…ハニカム構造体、2…貫通孔、3…多孔質セラミック隔壁、4…貫通孔封じ材、5…ハニカム構造体外周部異形セル、6…ハニカム構造体開口端面に貼られたフィルム、7…封じ材導入用の穴、8…封じ材スラリーによる封じ材、9…堆土状封じ材による封じ材。

特許出願人：日本碍子株式会社

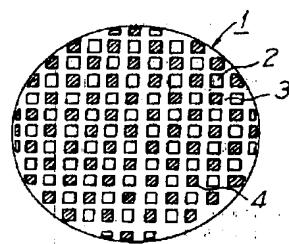
代理人弁理士：杉村 譲

代理
印

同 代理人：杉村 譲

同
印

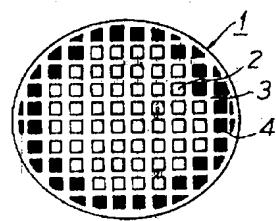
第1図



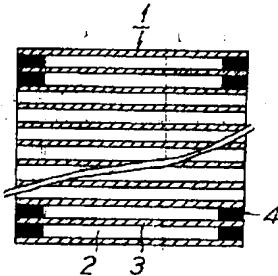
第2図



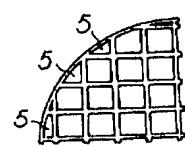
第3図



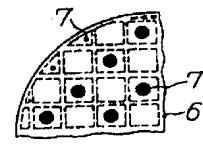
第4図



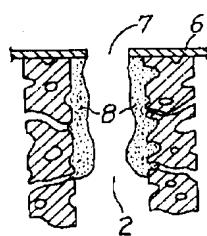
第5図



第6図



第7図



第8図

